

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE.

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 6

N° 763.861

Perfectionnement aux appareils de déshydratation de l'alcool et d'une façon générale aux appareils distillatoires.

USINES DE MELLE, SOCIÉTÉ ANONYME et M. Henri Martin GUINOT résidant en France (Deux-Sèvres).

Demandé le 2 février 1933, à 16^h 18^m, à Paris.

Délivré le 19 février 1934. — Publié le 8 mai 1934.

Brevet d'invention dont la délivrance a été ajournée en exécution de l'art. 11 § 7 de la loi du 5 juillet 1844 modifiée par la loi du 7 avril 1902.]

L'application des méthodes azéotropiques à la déshydratation directe des moûts fermentés par exemple d'après le procédé décrit dans le brevet français n° 696.775 du 26 août 1929 a révélé la possibilité de réduire considérablement la consommation en corps entraîneur.

On observe, en effet, après un certain temps de marche, une diminution progressive de la charge en liquide « entraîneur » de la colonne de déshydratation, cette diminution étant décelée par une variation correspondante des températures indiquées par les thermomètres échelonnés le long de la colonne, de sorte que l'on est obligé de réajuster fréquemment ce chargement en entraîneur par addition de produit frais.

Cette perte d'« entraîneur », qui est également accompagnée d'une perte d'alcool, s'explique de la façon suivante : on sait que les moûts contiennent en dissolution une certaine quantité de gaz provenant de la fermentation et qui sont constitués principalement par du gaz carbonique. Par suite de l'ébullition à laquelle est soumis le moût à son entrée dans la colonne, les gaz sont libérés et s'échappent de l'appareil par la seule issue qui leur est accessible, c'est-à-dire par

les tubes de dégagement des différents condenseurs, après s'être chargés d'alcool et d'« entraîneur ». Or, si l'on observe que 100 litres de moût dégagent en moyenne 2.500 litres de gaz, on conçoit que ce dégagement gazeux important puisse occasionner des pertes en ces deux matières; en fait, pour un appareil produisant 250 hl. par jour d'alcool absolu à partir des moûts, la perte en « entraîneur » peut atteindre 100 litres et la perte en alcool 35 à 40 litres par 24 heures.

La demanderesse a trouvé que la récupération des produits ainsi entraînés peut être réalisée presque gratuitement en apportant aux appareils un perfectionnement extrêmement simple et peu coûteux. Ce perfectionnement, qui fait l'objet de la présente invention, consiste à réunir les tubes de dégagement à l'air de l'appareil à un collecteur conduisant à un système de deux colonnes de lavage remplies d'anneaux Raschig ou pourvues de moyens analogues et disposées en série. Dans la première colonne les gaz sont lavés par de l'alcool à haut degré prélevé sur l'appareil, alcool qui dissout les vapeurs d'« entraîneur » contenu dans les gaz et se tourne en un point de l'appareil à déhydra-

Prix du fascicule : 5 francs.

ter convenablement choisi; c'est ainsi qu'il y a avantage à le renvoyer en un point de la colonne à déshydrater où le liquide bouillant sur les plateaux possède approximativement la même composition. Dans la deuxième colonne, les gaz sont soumis à un simple lavage à l'eau destiné à récupérer l'alcool qu'ils renferment. Cet alcool provient, pour une part, de celui qui préexistait dans le gaz avant son passage dans la première colonne de lavage et, pour une autre part, de celui qu'il a enlevé à cette colonne. Le liquide alcoolique s'écoulant à la base de cette deuxième colonne est conduit dans la zone d'épuisement de l'appareil à déshydrater. A la sortie du dispositif de lavage à l'eau, on laisse s'échapper à l'air libre les gaz qui sont totalement débarrassés des produits de valeur. On parvient ainsi à annuler complètement les pertes en entraîneur et en alcool, jusque là considérables.

Ce dispositif de récupération, absolument indispensable pour le traitement des moûts, trouve aussi une application intéressante dans la déshydratation des flegmes ou de l'alcool rectifié. Ces produits contiennent toujours une petite proportion de gaz qu'ils ont dissous au cours du stockage. Mais la perte principale provient dans ce cas de la « respiration » de l'appareil à déshydrater. Il est bien connu, en effet, qu'aux tubes de dégagement des condenseurs et réfrigérants de tout appareil à distiller, il se produit des aspirations et des reflux d'air provenant de variations de volume de la phase gazeuse dues à des arrivées irrégulières de vapeur et d'eau dans les réfrigérants. Cet air aspiré dans l'appareil se charge de produits volatils qui sont ensuite expulsés en même temps que lui. On observe des phénomènes analogues dans les appareils fonctionnant sous une pression différente de la pression atmosphérique et dont les tubes de dégagement, sont par suite reliés soit avec une pompe à vide, soit avec un compresseur. Là encore, bien que la perte soit beaucoup moins

considérable que dans le cas du traitement des moûts, le dispositif de lavage à deux colonnes décrit précédemment permet de réaliser une économie appréciable. 50

Enfin, d'une façon tout à fait générale, l'invention peut s'appliquer à tous les appareils de distillation quel que soit leur rôle, le nombre des colonnes de lavage et la nature du ou des liquides utilisés pour l'arrosage variant avec le nombre et la nature des produits traités. En particulier, le dispositif de récupération objet de l'invention peut être avantageusement utilisé dans les appareils de rectification ordinaire de l'alcool. Dans ce cas évidemment, en l'absence de liquide « entraîneur », il suffit d'un simple lavage à l'eau dans une colonne unique pour débarrasser l'air expulsé de l'appareil des vapeurs d'alcool qu'il renferme. 60

RÉSUMÉ :

1° Perfectionnement aux appareils de déshydratation azéotropique de l'alcool consistant à connecter les tubes de dégagement des différents condenseurs et réfrigérants à un système de lavage comportant deux colonnes, et à laver les gaz s'échappant de l'appareil, d'abord avec de l'alcool à haut degré dans la première colonne pour les débarrasser de l'« entraîneur », puis avec de l'eau dans la deuxième colonne pour en séparer l'alcool, chacun des liquides qui s'écoule à la base de chaque colonne étant renvoyé en un point convenable de l'appareil de déshydratation. 70

2° Application du perfectionnement spécifié sous 1° aux appareils de distillation traitant des produits volatils quelconques, le nombre de colonnes de lavage et la nature des liquides d'arrosage variant suivant le nombre et la nature des produits traités. 85

USINES DE MELLE, Société anonyme

et M. Henri, Martin GUINOT.

Par procuration :

AMANDUS JEUNE.

FRENCH REPUBLIC
MINISTRY OF COMMERCE AND INDUSTRY
PATENT OFFICEPATENT
Gr. 14 - Cl. 6

No. 763,861

Improvement for alcohol dehydration apparatus and, in general, distilling apparatus.

USINES DE MELLE, S.A. and Henri Martin GUINOT, France

Applied for on February 2, 1933 in Paris
Granted February 19, 1934 - Published May 8, 1934

Patent the issue of which was postponed in execution of Art. 11 § 7 of the law of July 5, 1844 modified by the law of April 7, 1902.

The application of azeotropic methods to the direct dehydration of fermented mash, for example by the process described in French patent No. 696,775 of August 26, 1929, revealed the possibility of considerably reducing the consumption of entraining agent.

In fact, after a certain period of operation, a progressive decrease in the charge of "entrainer" liquid in the dehydration column is observed, this decrease being detected by a corresponding variation in the temperatures indicated by the calibrated thermometers along the column, so that it is necessary to readjust this charge of entraining agent frequently by the addition of fresh product.

This loss of "entrainer" which is likewise accompanied by a loss of alcohol, is explained as follows: it is known that mashes contain in solution a certain quantity of gases arising in the fermentation and which are mainly constituted of carbon dioxide. Due to the boiling to which the mash is subjected on its entry into the column, the gases are liberated and escape from the apparatus by the only outlet accessible to them, that is, by way of the exit tubes of the various condensers, after being charged with alcohol and "entrainer." Thus, if it is observed that 100 liters of mash emit on the average 2500 liters of gas, it is understandable that this

significant emission of gas could cause losses in these two substances; in fact, for an apparatus producing 250 hl per day of absolute alcohol from mashes, the loss in "entrainer" can reach 100 liters, and the loss of alcohol 35 to 40 liters per 24 hours.

The applicant has found that the recovery of the products thus entrained can be effectuated at almost no cost by providing the apparatus with an extremely simple and inexpensive improvement. This improvement, which is the subject of the present invention, consists of uniting the tubes exiting to the air from the apparatus with a collector leading to a two-column washing system filled with Raschig rings or provided with analogous means and arranged in series. In the first column, the gases are washed with high-percentage alcohol withdrawn on the apparatus, alcohol which dissolves the "entrainer" vapors contained in the gases and returns to a suitably chosen point of the dehydration apparatus; there is thus an advantage in sending it back to a point in the dehydration column where the liquid boiling on the plates has approximately the same composition. In the second column, the gases are subjected to simple washing with water intended to recover the alcohol that they contain. This alcohol arises, on one hand, from that which was in the gas before its passage into the first washing column and, on the other, from that which it has taken

off in this column. The alcoholic liquid flowing out at the base of this second column is led into the draining zone of the dehydrating apparatus. At the exit of the water washing device, the gases that are completely freed of products of value are allowed to escape into the open air. The losses of entraining agent and alcohol, considerable until then, are thus completely erased.

This recovery device, absolutely indispensable for the treatment of mashes, also finds an important application in the dehydration of low wines or rectified alcohol. These products always contain a small proportion of gas that they have dissolved during storage. However, the main loss in this case comes from the "breathing" of the dehydration apparatus. It is well known, in fact, that at the emission tubes of the condensers and coolers of every distillation apparatus there occur aspirations and refluxes of air arising from variations in volume of the gaseous phase due to irregular feeding of vapor and water into the coolers. This air aspirated into the apparatus is charged with volatile products that are then expelled at the same time as the air. Analogous phenomena are observed in apparatus functioning under a pressure different from atmospheric pressure and in which the exit tubes are therefore connected either with a vacuum pump or with a compressor. There, too, although the loss is much less than in the case of the treatment of mashes, the two-column washing device described above makes it possible to effect an appreciable saving.

Finally, very generally, the invention can be applied to any distillation apparatus, no matter what its function, the number of washing columns and the nature of the liquid or liquids used for the spraying varying with the number and nature of the products treated. In particular, the recovery device that is the subject of the invention can advantageously be used in ordinary alcohol rectification apparatus. In this case, obviously, in the absence of "entrainer" liquid, a simple water washing in a single column is sufficient to free the air expelled from the apparatus from the alcohol vapors that it contains.

Summary

1. Improvement for azeotropic alcohol dehydration apparatus consisting of connecting the exit tubes from the different condensers and coolers to a washing system containing two columns, and washing the gases escaping from the apparatus, first of all with high percentage alcohol in the first column to free them of the "entrainer," then with water in the second column

to separate the alcohol from them, each of the liquids that flows to the base of each column being returned to a suitable point of the dehydration apparatus.

2. Application of the improvement specified under item 1 to distillation apparatus treating any volatile products, the number of washing columns and the nature of the spraying liquids varying depending on the number and nature of the products treated.

USINES DE MELLE, S.A.
and Henri Martin GUINOT.

Represented by:
ARMENGAUD Jr.